

4. STANOVENÍ SÍRY

4.1. ÚVOD

Společným rysem metod pro stanovení síry je mineralizace organické sloučeniny a převedení organicky vázané síry na jednotnou formu vhodnou pro stanovení analytickými metodami. K destrukci siřných sloučenin se používají oxidační i redukční způsoby rozkladu. Oxidační rozklad látek s organicky vázanou sírou se provádí nejčastěji spalováním v křemenné trubici v proudu kyslíku, nebo v uzavřené nádobě v atmosféře kyslíku (podle Schönigera).

Složení rovnovážné směsi oxidu siřičitého a oxidu sírového je ovlivněno teplotou a termodynamická rovnováha se posunuje se stoupající teplotou ve prospěch tvorby oxidu siřičitého. Způsob konečného stanovení oxidů síry záleží na množství síry v analyzované látce, na přítomnosti dalších prvků ve vzorku i na způsobu rozkladu a absorpce oxidačních produktů.

Konstituční síra se stanovuje jako síran nebo kyselina sírová. Klasická vážková metoda stanovení síranů ve formě síranu barnatého je nahrazována metodami titračními. Absorpční hmota nebo roztok má zajistit současnou oxidaci na síranovou formu. Při spalování v uzavřené nádobě podle Schönigera se jako absorpční roztok používá neutrální peroxid vodíku. [uac(14)]

4.2. PŘÍPRAVA VZORKU

4.2.1. LABORATORNÍ PŘÍPRAVA KYSLÍKU

4.2.1.1. PRINCIP METODY

Podstatou Schönigerovy mikrometody stanovení organicky vázané síry je spalování v baňce naplněné kyslíkem. Jednoduše lze použít bombu se stlačeným plynem, ale abychom si vyzkoušeli alternativní řešení, budeme v této úloze kyslík připravovat rozkladem peroxidu vodíku manganistanem draselným.

Reakce je silně exotermní a vznikající plyn obsahuje i molekuly peroxidu a vodní páru. Proto je třeba plyn zbavit peroxidu vodíku a vysušit, abychom získali čistý kyslík.

4.2.1.2. POMŮCKY

4.2.1.2.1. LABORATORNÍ SKLO

- Erlenmayerova baňka (1 ks 1000 ml)
- odměrný válec (1 ks 500 ml)
- promývací láhev (2 ks)
- dělicí nálevka (1 ks)
- kádinka (1 ks 100 ml)
- skleněná trubička (2 ks)

4.2.1.2.2. DALŠÍ POMŮCKY

- e-m míchačka
- laboratorní lžička
- stojany
- gumová zátka
- tuk na zábrusy
- držáky
- gumové hadičky
- míchadélko

4.2.1.3. CHEMIKÁLIE

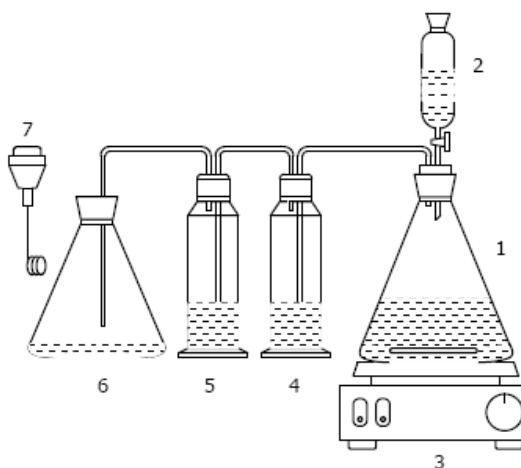
- peroxid vodíku
- manganistan draselný
- kyselina fosforečná

4.2.1.4. POSTUP

4.2.1.4.1. SESTAVENÍ APARATURY

Erlenmayerovu baňku o objemu 1000 ml postavíme na elektromagnetickou míchačku a připevníme držákem ke stojanu. Do baňky nalijeme 450 ml destilované vody a 50 ml koncentrovaného peroxidu vodíku a opatrně vložíme větší míchadélko. Následně baňku utěsníme zátkou se dvěma otvory a do jednoho z nich zasuneme dělicí nálevku, kterou upevníme držákem ke stojanu. Nálevku naplníme roztokem manganistanu draselného, který připravíme rozpuštěním ½ malé laboratorní lžičky krystalků v 75 ml destilované vody.

Do druhého otvoru v zátku zasuneme skleněnou trubičku ve tvaru *L* a hadičkou ji spojíme se dvěma sériově uspořádanými promývacími lahvemi, které pomocí držáků připevníme ke stojanu. První láhev naplníme do jedné třetiny destilovanou vodou, do druhé pak nalijeme stejný objem kyseliny fosforečné. Na promývací láhev s kyselinou fosforečnou nasadíme hadičku, na jejíž druhý konec připevníme skleněnou trubičku.



- 1 – baňka s peroxidem vodíku
- 2 – dělicí nálevka s manganistanem draselným
- 3 – elektromagnetická míchačka
- 4 – promývací láhev s destilovanou vodou
- 5 – promývací láhev s kyselinou fosforečnou
- 6 – baňka s absorpčním roztokem
- 7 – zátka s platinovým drátkem

OBRÁZEK 3: APARATURA PRO PŘÍPRAVU KYSLÍKU A STANOVENÍ DLE SCHÖNIGERA

4.2.1.4.2. PRŮBĚH REAKCE

Zkontrolujeme, zda je sestavená aparatura včetně promývacích lahví zapojena správně, zapneme elektromagnetickou míchačku a opatrně přidáme do baňky s peroxidem vodíku pomocí dělicí nálevky asi čtvrtinu objemu roztoku manganistanu draselného. Reakce se rozběhne po redukci manganistanu na oxid manganičitý, který katalyzuje rozklad peroxidu.

Rychlost reakce pozorujeme podle bublinek v promývacích lahvích. Po několika minutách je z aparatury vytlačen vzduch a pro následujících asi deset minut máme k dispozici zdroj kyslíku s velikostí průtoku okolo 1 l min^{-1} . Při následném spalování vzorku se snažíme být precizní a zároveň rychlí, aby nám vystačil kyslík z probíhajícího rozkladu peroxidu vodíku.

4.2.2. PŘÍPRAVA VZORKU DLE SCHÖNIGERA

4.2.2.1. PRINCIP METODY

Podstatou stanovení síry v organických lákách podle Schönigera je spalování v baňce naplněné kyslíkem. Jako absorpční roztok se používá zředěný peroxid vodíku, ve kterém se vážou oxidy síry vzniklé spalováním a zároveň se oxidují až na kyselinu sírovou. Ta pak může být stanovena gravimetricky jako sraženina síranu barnatého, nebo několika titračními metodami, např. alkalimetricky, chelatometricky nebo titrací chloristanem barnatým.

4.2.2.2. POMŮCKY

4.2.2.2.1. LABORATORNÍ SKLO

- Erlenmayerova baňka se zábrusem (3 ks 300 ml)
- skleněná zábrusová zátka s platinovým drátkem (3 ks)
- pipeta dělená (2 ks 5 ml)

4.2.2.2.2. DALŠÍ POMŮCKY

- | | | |
|----------------------------|-----------|-----------|
| • analytické váhy | • stojany | • kahan |
| • filtrační papír (č. 589) | • držáky | • zápalky |
| • laboratorní lžička | • nůžky | • tuk |

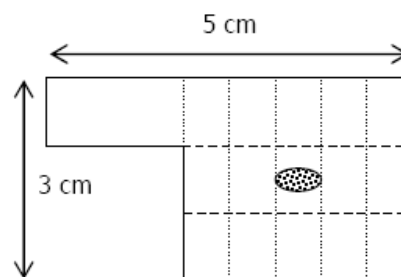
4.2.2.3. CHEMIKÁLIE

- | | |
|------------------|----------|
| • peroxid vodíku | • aceton |
|------------------|----------|

4.2.2.4. POSTUP

4.2.2.4.1. NAVÁŽKA VZORKU

Na analytických vahách navážíme přibližně 10 mg analyzované látky. Navážku pak vsypeme na papírek připravený pro spalování vzorku a složíme jej podle obrázku 4. Složený papírek pak umístíme do platinové spirály zatavené do zátky se zábrusem. Platinový drátek musí být čistý, toho dosáhneme jeho opakovaným namáčením do koncentrované kyseliny chlorovodíkové a následným žiháním. Tímto způsobem si připravíme až tři paralelní vzorky.



OBRÁZEK 4: SLOŽENÍ PAPIRKU

Do Erlenmayerovy baňky o objemu 300 ml, která bude sloužit jako spalovací baňka, napipetujeme 9 ml destilované vody a 1 ml koncentrovaného peroxidu vodíku. Připravíme si až tři baňky s absorpčním roztokem, které si označíme a přiřadíme k nim jednotlivé vzorky připravené ke spalování. Důkladně namažeme zábrusy baněk i zátek vhodným tukem.

4.2.2.4.2. SPALOVÁNÍ V ATMOSFÉŘE KYSLÍKU

Do první z připravených spalovacích baněk umístíme skleněnou trubičku s přívodem kyslíku tak, aby se nedotýkala absorpčního roztoku. Po naplnění baňky kyslíkem vytáhneme trubičku a umístíme ji do další baňky. Uchopíme příslušnou zátku se vzorkem, kahanem zapálíme volný konec papíru a velmi rychle baňku neprodyšně uzavřeme. Papírek se vzorkem okamžitě shořívá v kyslíkové atmosféře, proto je třeba zajistit kontrolu případného úniku spalin. Je vhodné tento krok nejprve vyzkoušet s prázdným papírkem, protože při sebemenším úniku spalin by došlo ke znehodnocení analýzy.

Jakmile papírek dohořívá, odstavíme baňku a stejný proces provedeme s dalším vzorkem. Tímto způsobem mineralizujeme všechny připravené vzorky. Samovolná absorpce oxidů síry v roztoku na dně baňky trvá asi půl hodiny, během tohoto procesu je vhodné mírným krouživým pohybem obsahem baňky několikrát zamíchat. Po uplynutí této doby baňku otevřeme a její stěny a zátku s platinovým drátkem opláchneme asi 10 ml acetonu.

4.3. GRAVIMETRICKÁ ANALÝZA

4.3.1. STANOVENÍ SÍRANU BARNATÉHO

4.3.1.1. PRINCIP STANOVENÍ

Síranové anionty se kvantitativně srážejí v prostředí kyseliny chlorovodíkové roztokem chloridu barnatého ve formě bílé sraženiny síranu barnatého. Ta však velmi snadno adsorbuje cizí ionty, proto musí srážení probíhat za horka a roztok činidla se musí přidávat zvolna po kapkách. Roztok je potom třeba nechat stát na teplé vodní lázni, aby se sraženina vylučovala v hrubozrnější formě.

Sraženina se po filtraci a několikanásobném promytí destilovanou vodou žihá v kelímku při 700 °C a diferenčním vážením se stanoví obsah síranu barnatého. [4]

4.3.1.2. POMŮCKY

4.3.1.2.1. LABORATORNÍ SKLO

- filtrační nálevka
- kádinka (1 ks 100 ml, 1 ks 250 ml)

4.3.1.2.2. DALŠÍ POMŮCKY

- analytické váhy
- filtrační papír (č. 589)
- filtrační kruh
- žíhací kelímek
- trojnožka
- trianpl
- kahan
- zápalky
- kleště

4.3.1.3. CHEMIKÁLIE

- chlorid barnatý

4.3.1.4. POSTUP

Připravený vzorek okyselíme 1 ml koncentrované HCl a zahříváme téměř k varu. Za stálého míchání na elektromagnetické míchačce srážíme asi 30 ml roztoku chloridu barnatého o koncentraci $0,05 \text{ mol l}^{-1}$, který přidáváme po kapkách. Baňku se sraženinou necháme stát necelou hodinu v teplé vodní lázni za občasného míchání.

Sraženinu filtrujeme papírovým filtrem po předchozí trojnásobné dekantaci a promýváme horkou destilovanou vodou do negativní reakce na chloridy. Filtr se sraženinou pak umístíme do zváženého žíhacího kelímku – filtr vysušíme, spálíme a žíháme do konstantní hmotnosti.

4.4. ODMĚRNÁ ANALÝZA

Kyselina sírová se jako produkt kvantitativního spalování síry stanoví srážecí titrací odměrným roztokem chloristanu barnatého na indikátor sulfonazo III s barevným přechodem fialový indikátor – modrý komplex indikátoru s barnatými ionty. Pro snížení rozpustnosti vznikající sraženiny síranu barnatého se titrace provádí v prostředí acetonu. [9]

Titrace chloristanem barnatým však není jedinou titrační metodou pro stanovení síry. Bezdušičaté látky se spalují nad neutrálním roztokem peroxidu vodíku a vzniklá kyselina sírová se titruje alkalimetry na směsný indikátor methylčerveně a bromkresolové zeleně. [1]

Dušičaté látky se spalují nad alkalickým roztokem peroxidu vodíku, po okyselení kyselinou chlorovodíkovou se peroxid varem rozloží a síranové ionty se srážejí standardním roztokem chloridu barnatého. Přidá se přebytek standardního roztoku chelatonu 3, zalkalizuje se amoniakem a titruje se zpět standardním roztokem hořečnaté soli na indikátor eriochromovou čern T, který signalizuje bod ekvivalence barevným přechodem z červené na modrou. [1]

4.4.1. TITRACE CHLORISTANEM BARNATÝM

4.4.1.1. PODSTATA STANOVENÍ

Celkový obsah oxidů síry a kyseliny sírové se stanoví jako síranový anion po absorpci spalin v 3 % roztoku peroxidu vodíku. Síraný v absorpčním roztoku se titrují roztokem chloristanu barnatého na indikátor sulfonazo III. [10]

4.4.1.2. RUŠIVÉ VLIVY

Stanovení je rušeno anionty kyselin, které jsou za daných podmínek těkavé. Průměrná chyba stanovení za přítomnosti kyseliny chlorovodíkové se ve dvou až stonásobném molárním přebytku pohybuje v rozsahu 1 – 5 %, za přítomnosti kyseliny dusičné ve stejném přebytku je chyba 3 – 8 %. [10]

4.4.1.3. POMŮCKY

4.4.1.3.1. LABORATORNÍ SKLO

- byreta (1 ks 10 ml, 1 ks 25 ml)
- pipeta (1 ks 10 ml, 1 ks 20 ml)
- pipeta dělená (1 ks 2 ml, 1 ks 5 ml)
- titrační baňka (3 ks 100 ml, 3 ks 250 ml)
- kádinka (1 ks 100 ml, 1 ks 250 ml, 1 ks 500 ml)
- odměrná baňka (1 ks 100 ml, 1 ks 250 ml, 1 ks 500 ml, 1 ks 1000 ml)
- odměrný válec (1 ks 20 ml)
- analytická nálevka
- skleněná tyčinka

4.4.1.3.2. OSTATNÍ POMŮCKY

- automatická byreta
- analytické váhy
- e-m míchačka
- míchadélko
- sušárna
- trojnožka
- filtrační papír
- azbestová síťka
- kahan
- zápalky
- lodička
- lžička

4.4.1.4. CHEMIKÁLIE

- kyselina sírová
- kyselina chloristá
- hydroxid barnatý
- chloristan barnatý
- síran hydrazinia
- uhličitan sodný
- sulfonazo III
- methyloranž
- aceton
- pyridin

4.4.1.5. POSTUP

4.4.1.5.1. PŘÍPRAVA ROZTOKŮ

Před titrací je nutné nejprve připravit všechny potřebné roztoky. Obecně platí pravidlo, že relativně velmi zředěné roztoky se snažíme připravovat ředěním roztoků o vyšší koncentraci.

4.4.1.5.1.1. ODMĚRNÝ ROZTOK CHLORISTANU BARNATÉHO

Pro přípravu odměrného roztoku chloristanu barnatého o koncentraci $0,01 \text{ mol l}^{-1}$ navážíme 3,4 g bezvodého nebo 3,9 g trihydrátu chloristanu barnatého. Navážku rozpustíme v destilované vodě a kvantitativně převedeme do odměrné baňky 1000 ml a doplníme po rysku.

Ekvivalentním způsobem přípravy odměrného roztoku chloristanu barnatého je smísení

roztoku hydroxidu barnatého s roztokem kyseliny chloristé. Tímto způsobem nejprve připravíme zásobní roztok o koncentraci $0,1 \text{ mol l}^{-1}$, který pak desetkrát zředíme a získáme tak odměrný roztok o přibližné koncentraci $0,01 \text{ mol l}^{-1}$.

Navážíme 31,6 g oktahydrátu hydroxidu barnatého, který rozmícháme v 250 ml destilované vody a po zahřátí asi na $60 \text{ }^\circ\text{C}$ přidáme po částech 17,5 ml 70 % kyseliny chloristé zředěné na 100 ml. [10]

Pokud roztok zůstane mlékovitě zkalen, přidáme několik kapek kyseliny chloristé až do vyjasnění. Následně zůstává na dně malý nerozpustný zbytek, který odfiltrujeme. Filtrát jímáme do odměrné baňky na 1000 ml, kde jej zředíme na objem asi 900 ml. Přídavkem zředěné kyseliny chloristé upravíme pH na hodnotu 5 a baňku doplníme destilovanou vodou.

4.4.1.5.1.2. TLUMIVÝ ROZTOK

Tlumivý roztok pro titraci chloristanem barnatým připravíme smícháním roztoku kyseliny chloristé o koncentraci $1,0 \text{ mol l}^{-1}$ s pyridinem v poměru 1 : 1.

4.4.1.5.2. STANOVENÍ PŘESNÉ KONCENTRACE ODMĚRNÉHO ROZTOKU

Chloristan barnatý není základní látka pro kvantitativní analýzu, proto je nutné stanovit přesnou koncentraci připraveného odměrného roztoku jeho standardizací. Standardizace odměrného roztoku se provádí na síran hydrazinia nebo na standardní roztok kyseliny sírové, jehož standardizaci lze provést např. na uhličitan sodný.

4.4.1.5.2.1. STANDARDIZACE NA SÍRAN HYDRAZINIA

Asi 160 až 180 mg síranu hydrazinia vysušíme při $130 \text{ }^\circ\text{C}$, přesně odvážíme na analytických vahách a rozpustíme v destilované vodě. Roztok kvantitativně převedeme do odměrné baňky 250 ml a doplníme destilovanou vodou po rysku.

Do titrační baňky 100 ml odpipetujeme 10 ml tohoto roztoku, přidáme 20 ml acetonu, 0,8 ml tlumivého roztoku a jednu až dvě kapky indikátoru sulfonazo III. Roztok titrujeme odměrným roztokem chloristanu barnatého po kapkách za stálého míchání na elektromagnetické míchačce. V bodě ekvivalence se změří barva indikátoru z červenofialové do modré. [10]

4.4.1.5.2.2. STANDARDIZACE NEPŘÍMO NA UHLIČITAN SODNÝ

Připravíme $0,01 \text{ mol l}^{-1}$ roztok kyseliny sírové, který standardizujeme na bezvodý uhličitan sodný, jako indikátor použijeme methylovanž. Přesnou koncentraci odměrného roztoku chloristanu barnatého pak stanovíme titrací standardizovaného roztoku $0,01 \text{ mol l}^{-1}$ kyseliny sírové na indikátor sulfonazo III. Titrujeme pomalu po kapkách za intenzivního míchání na elektromagnetické míchačce.

4.4.1.5.3. STANOVENÍ CELKOVÉHO OBSAHU KYSELINY SÍROVÉ

Připravený roztok spalin stanovované látky obsahující kyselinu sírovou kvantitativně převedeme do titrační baňky 250 ml, zředíme dvojnásobným množstvím acetonu a přidáme několik kapek indikátoru. Na každých 20 ml tohoto roztoku je třeba přidat 0,5 ml tlumivého roztoku kyseliny chloristé a pyridinu. Za intenzivního míchání na elektromagnetické míchače titrujeme odměrným roztokem chloristanu barnatého z červenofialového do modrého zbarvení.

Titraci je nutné provádět po kapkách v intervalech asi jedné sekundy. Při velkých spotřebách může dojít ke zhoršení přechodu indikátoru vlivem zředění vodou, v tom případě je vhodné přidat aceton ve dvojnásobném množství na spotřebu činidla.

4.4.2. ALKALIMETRICKÁ TITRACE

4.4.2.1. PODSTATA STANOVENÍ

Celkový obsah oxidů síry a kyseliny sírové se stanoví jako síranový anion po absorpci spalin v neutrálním 3 % roztoku peroxidu vodíku. Kyselina sírová v absorpčním roztoku se titruje odměrným roztokem hydroxidu sodného na směsný indikátor. [10]

4.4.2.2. RUŠIVÉ VLIVY

Stanovení je rušeno veškerými kyselými a alkalickými těkavými sloučeninami. [10]

4.4.2.3. POMŮCKY

4.4.2.3.1. LABORATORNÍ SKLO

- byreta (1 ks 10 ml, 1 ks 25 ml)
- pipeta (1 ks 10 ml, 1 ks 25 ml)
- kádinka (1 ks 100 ml, 1 ks 250 ml)
- titrační baňka (3 ks 250 ml)
- odměrná baňka (1 ks 250 ml)

4.4.2.3.2. OSTATNÍ POMŮCKY

- automatická byreta
- analytické váhy
- e-m míchačka
- míchadélko
- trojnožka
- azbestová síťka
- kahan
- zápalky
- lodička
- lžička

4.4.2.4. CHEMIKÁLIE

- hydroxid sodný
- kyselina šťavelová
- fenolftalein
- methylčerveň
- směsný indikátor
- bromkresolová zeleň

4.4.2.5. POSTUP

4.4.2.5.1. PŘÍPRAVA ROZTOKŮ

4.4.2.5.1.1. ODMĚRNÝ ROZTOK HYDROXIDU SODNÉHO

Odměrný roztok hydroxidu sodného o přibližné koncentraci $0,02 \text{ mol l}^{-1}$ připravíme zředěním zásobního roztoku o koncentraci $0,2 \text{ mol l}^{-1}$, který připravíme rozpuštěním 2,0 g hydroxidu sodného v destilované vodě a doplněním po rysku na objem 250 ml.

4.4.2.5.1.2. SMĚSNÝ INDIKÁTOR

Pro přípravu směsného indikátoru rozpustíme 0,1 g methylové červeně a 0,2 g bromkresolové zeleně ve 100 ml 60 % roztoku ethanolu v destilované vodě. [10]

4.4.2.5.2. STANOVENÍ PŘESNÉ KONCENTRACE ODMĚRNÉHO ROZTOKU

Hydroxid sodný nepatří mezi základní látky pro kvantitativní analýzu, proto je nutné stanovit přesnou koncentraci připraveného odměrného roztoku jeho standardizací.

4.4.2.5.2.1. STANDARDIZACE NA KYSELINU ŠŤAVELOVOU

Odměrný roztok hydroxidu sodného standardizujeme na kyselinu šťavelovou. Pro zjištění přesné koncentrace odměrného roztoku je také možné použít jinou základní látku, např. hydrogenšťavelan draselný, kyselinu benzoovou, kyselinu salicylovou či síran hydrazinia.

Alkalimetrickou titraci provedeme na indikátor fenolftalein, bod ekvivalence se projeví trvalým narůžovělým zbarvením.

4.4.2.5.3. STANOVENÍ CELKOVÉHO OBSAHU KYSELINY SÍROVÉ

Připravený roztok spalin stanovované látky kvantitativně převedeme do titrační baňky 250 ml, zředíme destilovanou vodou na objem 100 ml a varem po dobu přibližně pěti minut roztok zbavíme oxidu uhličitého. Po ochlazení na laboratorní teplotu přidáme 2 až 4 kapky směsného indikátoru a roztok titrujeme odměrným roztokem hydroxidu sodného do šedomodrého zbarvení.

4.4.3. CHELATOMETRICKÁ TITRACE

4.4.3.1. PRINCIP STANOVENÍ

Chelatometrickou metodou se stanoví obsah kyseliny sírové nepřímou. Síranové ionty v roztoku vzorku se vysráží přesně definovaným přídatkem chloridu barnatého, přidá se přebytek standardního roztoku chelatonu 3, který se po zalkalizování amoniakem titruje zpět standardním roztokem hořečnaté soli na eriochromovou čerň T. [1]

4.4.3.2. POMŮCKY

4.4.3.2.1. LABORATORNÍ SKLO

- byreta (1 ks 10 ml, 1 ks 25 ml)
- titrační baňka (3 ks 250 ml)

- pipeta (1 ks 10 ml, 1 ks 25 ml)
- kádinka (1 ks 100 ml, 1 ks 250 ml, 1 ks 500 ml)
- odměrná baňka (1 ks 100 ml, 1 ks 250 ml, 1 ks 1000 ml)

4.4.3.2.2. OSTATNÍ POMŮCKY

- automatická byreta
- e-m míchačka
- lodička
- analytické váhy
- míchadélko
- lžička

4.4.3.3. CHEMIKÁLIE

- chelaton 3
- chlorid amonný
- amoniak
- síran hořečnatý
- chlorid barnatý

4.4.3.4. POSTUP

4.4.3.4.1. PŘÍPRAVA ROZTOKŮ

4.4.3.4.1.1. STANDARDIZACE ROZTOKU CHELATONU 3

Pro přípravu 1000 ml 0,01 mol l⁻¹ standardního roztoku chelatonu 3 je navážka 3,36 g. Z předpokladu čistoty chelatonu p.a. jej lze považovat za základní látku. Jinak se ke standardizaci používá chlorid olovnatý, dusičnan olovnatý, uhličitán vápenatý, dusičnan bismutitý, síran hořečnatý nebo kovy zinek, bismut či měď nebo jejich oxidy. [4]

4.4.3.4.1.2. PŘÍPRAVA AMONIAKÁLNÍHO PUFERU

V destilované vodě rozpustíme 54 g chloridu amonného, přidáme 350 ml konc. roztoku amoniaku a doplníme destilovanou vodou na objem 1000 ml. [4]

4.4.3.4.2. STANOVENÍ PŘESNÉ KONCENTRACE ODMĚRNÉHO ROZTOKU

4.4.3.4.2.1. STANDARDIZACE ROZTOKU CHLORIDU BARNATÉHO

Přesnou koncentraci standardního roztoku chloridu barnatého 0,01 mol l⁻¹ stanovíme dle postupu pro stanovení celkového obsahu kyseliny sírové (viz 4.4.3.4.3.). Použijeme standardní roztok kyseliny sírové o koncentraci 0,01 mol l⁻¹, který standardizujeme na bezvodý uhličitán sodný a indikátor methylovanž. Pro stanovení pipetujeme 10 ml roztoku chloridu barnatého.

4.4.3.4.3. STANOVENÍ CELKOVÉHO OBSAHU KYSELINY SÍROVÉ

Připravený roztok spalin stanovované látky obsahující oxidy síry v podobě kyseliny sírové kvantitativně převedeme do titrační baňky o objemu 250 ml, okyselíme 1 ml koncentrovanou kyselinou chlorovodíkovou a následně varem rozložíme peroxid vodíku. Za neustálého míchání na elektromagnetické míchačce přidáváme po kapkách 20,00 ml 0,01 mol l⁻¹ standardního roztoku chloridu barnatého a 20,00 ml standardního roztoku chelatonu 3 o koncentraci 0,01 mol l⁻¹.

Roztok zalkalizujeme 10 ml amoniakálního ústojného roztoku a titrujeme standardním roztokem síranu hořečnatého o koncentraci $0,01 \text{ mol l}^{-1}$ na indikátor eriochromovou čerň T z červeného do modrého zbarvení. [1, 4]